

10/500994

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

24.01.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日  
Date of Application:

2002年 9月20日

REC'D 21 MAR 2003

出願番号  
Application Number:

特願2002-275777

WIPO

PCT

[ST.10/C]:

[JP2002-275777]

出願人  
Applicant(s):

新日本製鐵株式会社

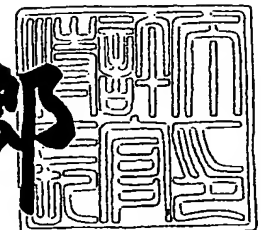
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 3月 4日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3013177

【書類名】 特許願

【整理番号】 1024512

【提出日】 平成14年 9月20日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C22C 38/02

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県富津市新富 2 0 - 1 新日本製鐵株式会社 技術  
開発本部内

【氏名】 牛神 義行

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県北九州市戸畑区飛幡町 1 - 1 新日本製鐵株式会  
社 八幡製鐵所内

【氏名】 藤井 浩康

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県富津市新富 2 0 - 1 新日本製鐵株式会社 技術  
開発本部内

【氏名】 中村 修一

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区大手町 2 - 6 - 3 新日本製鐵株式会社  
内

【氏名】 村上 健一

【特許出願人】

【識別番号】 000006655

【氏名又は名称】 新日本製鐵株式会社

【代理人】

【識別番号】 100077517

【弁理士】

【氏名又は名称】 石田 敬

【電話番号】 03-5470-1900

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100092624

【弁理士】

【氏名又は名称】 鶴田 準一

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100113918

【弁理士】

【氏名又は名称】 亀松 宏

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100082898

【弁理士】

【氏名又は名称】 西山 雅也

## 【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2002- 1604

【出願日】 平成14年 1月 8日

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 036135

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0018106

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 鏡面方向性珪素鋼板の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 質量%で、Si：0.8～4.8%、C：0.003～0.1%、酸可溶性Al：0.012～0.05%、 $N \leq 0.01\%$ 、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分及び仕上げ焼鈍中の水蒸気分圧を制御することにより二次再結晶を安定化させることを特徴とする磁束密度の高い鏡面方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項2】 質量%で、Si：0.8～4.8%、C：0.003～0.1%、酸可溶性Al：0.012～0.05%、 $N \leq 0.01\%$ 、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1280℃以下の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後に増窒素処理を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で酸化度( $PH_2O/PH_2$ )；0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

【請求項3】 質量%で、Si：0.8～4.8%、C：0.003～0.1%、酸可溶性Al：0.012～0.05%、 $N \leq 0.01\%$ 、Mn：0.0

3～0.15%、S:0.01～0.05%、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1320℃以上の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

【請求項4】 前記仕上げ焼鈍中の600～1100℃の温度域において、酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする請求項2または3記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

【請求項5】 鋼中元素としてSnまたはSbを、質量%で、0.03～0.15%添加することを特徴とする請求項2、3または4記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

【請求項6】 質量%で、Si:0.8～4.8%、C:0.003～0.1%、酸可溶性Al:0.012～0.05%、 $\text{N} \leq 0.01\%$ 、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1280℃以下の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後に増窒素処理を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で雰囲気ガスとして露点0

℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

【請求項7】 質量%で、Si：0.8～4.8%、C：0.003～0.1%、酸可溶性Al：0.012～0.05%、 $N \leq 0.01\%$ 、Mn：0.03～0.15%、S：0.01～0.05%、残部実質的にFe及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを1320℃以上の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

【請求項8】 前記仕上げ焼鈍中の600～1100℃の温度域において雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする請求項6または7記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

【請求項9】 前記鋼中元素として、SnまたはSbを、質量%で、0.03～0.15%含有することを特徴とする請求項6、7または8記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、主として変圧器その他の電気機器等の鉄心として利用される方向性珪素鋼板の製造方法に関するものである。特に、その表面を効果的に仕上げることにより、鉄損特性の向上を図ろうとするものである。

【0002】

## 【従来の技術】

方向性珪素鋼板は、磁気鉄心として多くの電気機器に用いられている。方向性珪素鋼板は、Siを0.8～4.8%含有し、製品の結晶粒の方位を $\{110\}$   
 $\langle 001 \rangle$ 方位に高度に集積させた鋼板である。その磁気特性として磁束密度が高く（B8値で代表される）、鉄損が低い（W17/50値で代表される）ことが要求される。特に、最近では省エネルギーの見地から電力損失の低減に対する要求が高まっている。

## 【0003】

この要求にこたえ、方向性珪素鋼板の鉄損を低減させる手段として、磁区を細分化する技術が開発された。

## 【0004】

積み鉄心の場合、仕上げ焼鈍後の鋼板にレーザービームを照射して局所的な微小歪を与えることにより磁区を細分化して鉄損を低減させる方法が開示されている（例えば、特許文献1参照）。

## 【0005】

しかしながら、これらの磁区の動きを観察すると鋼板表面のガラス皮膜の凹凸によりピン止めされ、動かない磁区も存在していることが分かった。従って、方向性電磁鋼板の鉄損値を更に低減させるためには、磁区細分化と合わせて磁区の動きを阻害する鋼板表面のガラス皮膜の凹凸によるピン止め効果をなくすことが重要であると考えられる。

## 【0006】

そのためには、磁区の動きを阻害する鋼板表面のガラス皮膜を形成させないことが有効と考えられ、その手段として、焼鈍分離剤として粗大高純アルミナを用いることによりガラス皮膜を形成させない方法が開示されている（例えば、特許文献2参照）。しかしながら、この方法では表面直下の介在物をなくすことができず、その介在物によるピニング効果のため、鉄損の向上代はW15/60で高々2%に過ぎない。

## 【0007】

この表面直下の介在物を制御し、かつ、表面の平滑化（鏡面化）を達成する方

法として、仕上げ焼鈍後に化学研磨或いは電解研磨を行う方法が開示されている（例えば、特許文献3参照）。しかしながら、化学研磨・電解研磨等の方法は、研究室レベルでの少試料の材料を加工することは可能であるが、工業的規模で行うには薬液の濃度管理、温度管理、公害設備の付与等の点で大きな問題があり、いまだ実用化されるに至っていない。

#### 【0008】

本発明者等は、上記課題を解決するために種々の実験を行い、脱炭焼鈍の露点を制御し、脱炭焼鈍時に形成される酸化層においてFe系酸化物（ $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ 、 $\text{FeO}$ 等）を形成させないことが、表面の介在物を消去することに有効であることを見いだした（特許文献4参照）。

#### 【0009】

このような酸化層を形成させた脱炭焼鈍板をアルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー、もしくは、静電塗布法等によりドライ・コートすることにより、仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状に仕上げ、鉄損を大きく低下させることができる。

#### 【特許文献1】

特開昭58-26405号公報

#### 【特許文献2】

米国特許第3785882号明細書

#### 【特許文献3】

特開昭64-83620号公報

#### 【特許文献4】

特開平7-118749号公報

#### 【0010】

#### 【発明が解決しようとする課題】

焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布する方法は、静電塗布法等によるドライ・コートする方法に比べて簡単な設備で処理することが可能である。しかしながら、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布する方法において、場合によっては二次再結晶が不安定になることが分かった。本発明の目的は、二次



再結晶の不安定化の原因を解明して二次再結晶を安定して行う方法を提示することである。

#### 【0011】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者等は、上記課題を解決するために種々の実験を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分及び仕上げ焼鈍中の水蒸気分圧を制御することにより二次再結晶を安定化させることを見出した。ここで仕上げ焼鈍中の水蒸気分圧制御とは、より具体的には、仕上げ焼鈍雰囲気の水素を含有する場合は、酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) を 0.0001 以上 0.2 以下とし、仕上げ焼鈍雰囲気が水素を含有しない不活性ガスの場合は、露点を 0℃ 以下とすることを意味するものである。

#### 【0012】

なお、ここで持ち込み水分とは焼鈍分離剤中に水と水分、結晶水等の形態で持ち込まれた水分を意味するものである。これらの形態で焼鈍分離剤中に持ち込まれた水分は、1000℃ まで焼鈍すると、ほぼ分解して消失されるので、持ち込み水分量は実用上、塗布・乾燥してから 1000℃ に焼鈍した後の質量減量として測定される。

#### 【0013】

以下、詳細に説明する。

#### 【0014】

本発明者等は、特許文献 4 に開示した方法で作製した脱炭焼鈍板を用いても二次再結晶挙動が変動する原因を鋭意検討した。その結果、水スラリー状で塗布したアルミナを主体とした焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量と仕上げ焼鈍中の雰囲気ガスの酸化度によって二次再結晶挙動に大きな差が生じることを突き止めた。

#### 【0015】

質量%で、Si : 3.3%、Mn : 0.1%、C : 0.06%、S : 0.007%、酸可溶性 Al : 0.028%、N : 0.008% の珪素鋼スラブを 1150℃ で加熱した後、板厚 2.0 mm に熱延した。この熱延板を 1120℃ で 2 分間焼鈍した後、最終板厚 0.22 mm に冷延した。この冷延板を、雰囲気ガスの

酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0.01 の湿潤ガス中で、830℃で脱炭焼鈍した。

【0016】

その後、各種アルミナを0～50℃の水に混入して攪拌し、スラリー状にして試料に塗布乾燥した。塗布乾燥したアルミナの一部を採取して1000℃まで加熱して、その質量減量から水分量を測定した。これらの試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0.00016 の窒素-水素混合ガス雰囲気中で10℃/hrで1200℃まで加熱し、酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0.000039 の水素ガスに切り替え1200℃で5時間焼鈍した。

【0017】

焼鈍後の磁束密度 (B8) を図1に示す。図1から、塗布乾燥後の水分量が1.5%を越えた場合には二次再結晶が不安定になり、焼鈍後の試料の磁束密度 (B8) が低下していることが分かる。これは、塗布乾燥後の水分量が多い場合には、この水分が焼鈍中に放出され、AlNや (Al, Si)N等のインヒビターの分解がAlの酸化により促進されることが原因であると推定される。従って、焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量としては1.5%以下、好ましくは、1%以下とすればよい。

【0018】

上記の結果から、焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量は、仕上げ焼鈍中の鋼板表面の雰囲気酸化度を介して、二次再結晶挙動に影響を及ぼすと考えられるので、次いで、雰囲気ガスの酸化度の影響を調査した。上記脱炭板を基に、塗布乾燥後の水分量が0.5%であった焼鈍分離剤を塗布した試料を積層し、仕上げ焼鈍の雰囲気ガスの酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) の影響を、窒素/水素割合と水蒸気分圧を変え調査した。

【0019】

図2に、焼鈍後の試料の磁束密度 (B8) に及ぼす仕上げ焼鈍中の雰囲気ガスの酸化度の影響を示す。図2から、酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0.0001以上、0.2以下の範囲で二次再結晶が安定化して磁束密度 (B8) が高くなることが分かる。

## 【 0 0 2 0 】

これは、酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0. 0 0 0 1 未満では、脱炭焼鈍で形成された稠密なシリカ膜が仕上げ焼鈍中の二次再結晶完了前に還元されてしまい、鋼中窒素のガス化に起因する AlN や (Al, Si) N 等のインヒビターの分解を抑制できないことが原因であると推定される。また、酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0. 2 以上では、鋼板表面の雰囲気ガスの酸化度が高いので、AlN や (Al, Si) N 等のインヒビターの分解が Al の酸化により促進されることが原因であると推定される。

## 【 0 0 2 1 】

以上は、仕上げ焼鈍雰囲気に水素が含まれる場合を示したが、水素が含まれない場合についても検討した結果、水スラリー状で塗布したアルミナを主体とした焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量と仕上げ焼鈍中の雰囲気ガスの露点によって二次再結晶挙動に大きな差が生じることを突き止めた。

## 【 0 0 2 2 】

質量%で、Si : 3. 3 %、Mn : 0. 1 %、C : 0. 0 6 %、S : 0. 0 0 7 %、酸可溶性 Al : 0. 0 2 8 %、N : 0. 0 0 8 % の珪素鋼スラブを 1 1 5 0 °C で加熱した後、板厚 2. 0 mm に熱延した。この熱延板を 1 1 2 0 °C で 2 分間焼鈍した後、最終板厚 0. 2 2 mm に冷延した。この冷延板を雰囲気ガスの酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0. 0 1 の湿潤ガス中で 8 3 0 °C で脱炭焼鈍を施した。

## 【 0 0 2 3 】

その後、各種アルミナを 0 °C ~ 5 0 °C の水に混入して攪拌しスラリー状にして試料に塗布乾燥した。塗布乾燥したアルミナの一部を採取して 1 0 0 0 °C まで加熱して、その質量減量から水分量を測定した。これらの試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍の雰囲気は露点 - 5 0 °C の窒素ガス雰囲気中で、1 0 °C / h r で 1 2 0 0 °C まで加熱し、その後、露点 - 5 0 °C の水素ガスに切り替え 1 2 0 0 °C で 5 時間焼鈍した。

## 【 0 0 2 4 】

焼鈍後の磁束密度 (B 8) を図 3 に示す。図 3 から、塗布乾燥後の水分量が 1 . 5 % を越えた場合には二次再結晶が不安定になり、焼鈍後の試料の磁束密度 (

B 8) が低下していることが分かる。これは塗布乾燥後の水分量が多い場合には、この水分が焼鈍中に放出され、AlNや (Al, Si) N等のインヒビターの分解がAlの酸化により促進されることが原因であると推定される。従って、焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量としては1.5%以下、好ましくは1%以下とすれば良い。

#### 【0025】

上記の結果から、焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量は仕上げ焼鈍中の鋼板表面の雰囲気ガスの露点を介して二次再結晶挙動に影響を及ぼすと考えられるので、次いで、雰囲気ガスの露点の影響を調査した。上記脱炭板を基に塗布乾燥後の水分量が0.5%であった焼鈍分離剤を塗布した試料を積層し、仕上げ焼鈍の窒素ガスの露点の影響を調査した。

#### 【0026】

図4に焼鈍後の試料の磁束密度 (B 8) に及ぼす仕上げ焼鈍中の雰囲気ガスの露点の影響を示す。図4から、露点が0℃以下で二次再結晶が安定化して磁束密度 (B 8) が高くなることが分かる。

これは、露点が0℃超では、鋼板表面の雰囲気ガスの露点が高いので、AlNや (Al, Si) N等のインヒビターの分解がAlの酸化により促進されることが原因であると推定される。

#### 【0027】

本発明は以上の知見に基づいてなされたもので、その要旨とするところは以下のとおりである。

#### 【0028】

(1) 質量%で、Si: 0.8~4.8%、C: 0.003~0.1%、酸可溶性Al: 0.012~0.05%、 $N \leq 0.01\%$ 、残部実質的にFe及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状に

することを特徴とする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥後の持ち込み水分及び仕上げ焼鈍中の水蒸気分圧を制御することにより二次再結晶を安定化させることを特徴とする磁束密度の高い鏡面方向性電磁鋼板の製造方法。

#### 【0029】

(2) 質量%で、Si : 0.8~4.8%、C : 0.003~0.1%、酸可溶性Al : 0.012~0.05%、 $N \leq 0.01\%$ 、残部実質的にFe及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを1280℃以下の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後に増窒素処理を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で酸化度( $PH_2O/PH_2$ ) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

#### 【0030】

(3) 質量%で、Si : 0.8~4.8%、C : 0.003~0.1%、酸可溶性Al : 0.012~0.05%、 $N \leq 0.01\%$ 、Mn : 0.03~0.15%、S : 0.01~0.05%、残部実質的にFe及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを1320℃以上の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込

み水分量を 1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

#### 【0031】

(4) 前記仕上げ焼鈍中の 600~1100℃の温度域において、酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする前記(2)または(3)記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

#### 【0032】

(5) 鋼中元素として Sn または Sb を、質量%で、0.03~0.15%添加することを特徴とする前記(2)、(3)または(4)記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

#### 【0033】

(6) 質量%で、Si : 0.8~4.8%、C : 0.003~0.1%、酸可溶性 Al : 0.012~0.05%、 $\text{N} \leq 0.01\%$ 、残部実質的に Fe 及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを 1280℃以下の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍を Fe 系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後に増窒素処理を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を 1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で雰囲気ガスとして露点 0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

#### 【0034】

(7) 質量%で、Si : 0.8~4.8%、C : 0.003~0.1%、酸可溶性 Al : 0.012~0.05%、 $\text{N} \leq 0.01\%$ 、Mn : 0.03~0.1

5%、S : 0.01~0.05%、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1320℃以上の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

#### 【0035】

(8) 前記仕上げ焼鈍中の600~1100℃の温度域において雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする前記(6)または(7)記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

#### 【0036】

(9) 前記鋼中元素として、SnまたはSbを、質量%で、0.03~0.15%含有することを特徴とする前記(6)、(7)または(8)記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

#### 【0037】

#### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を説明する。

#### 【0038】

基本的な製造法としては、磁束密度(B8)が高い製品を製造できる小松等による(Al、Si)Nを主インヒビターとして用いる低温スラブ加熱に基づく製造法(例えば、特公昭62-45285号公報、参照)、または、田口・坂倉等によるAlNとMnSを主インヒビターとして用いる高温スラブ加熱に基づく製造法(例えば、特公昭40-15644号公報、参照)を適用すればよい。

#### 【0039】

次に、珪素鋼スラブの成分組成について説明する。なお、「%」は「質量%」を意味する。

#### 【0040】

Siは、電気抵抗を高め鉄損を下げる上で重要な元素である。含有量が4.8%を超えると、冷間圧延時に材料が割れ易くなり圧延不可能となる。一方、Si量を下げると仕上げ焼鈍時に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を生じ、結晶の方向性が損なわれるので、実質的に結晶の方向性に影響を及ぼさない0.8%を下限とする。

#### 【0041】

酸可溶性Alは、Nと結合してAlNまたは(Al, Si)Nとしてインヒビターとして機能するために必須の元素である。磁束密度が高くなる0.012~0.05%を限定範囲とする。

#### 【0042】

Nは、製鋼時に0.01%を超えて添加すると、ブリストーとよばれる鋼板中の空孔を生じるので、0.01%を上限とする。

#### 【0043】

Mn、Sは、田口・坂倉等による高温スラブ加熱に基づく製造法では、MnSとしてインヒビターとして機能するために必須の元素である。磁束密度が高くなるMn:0.03~0.15%、および、S:0.01~0.05%を限定範囲とする。

#### 【0044】

なお、Sは、小松等による(Al, Si)Nを主インヒビターとして用いる低温スラブ加熱に基づく製造法では、磁気特性に悪影響を及ぼすので0.015%以下とすることが望ましい。

#### 【0045】

Cは、残留すると製品特性(鉄損)の低下を引き起こすので0.003%未満に抑えることが必要とされている。しかしながら、製鋼段階でC量を低くすると熱延板の結晶組織に粗大な{100}伸長粒が存在し、二次再結晶に悪影響を及ぼす。また、析出物や一次再結晶集合組織制御の観点からも、Cはある程度製鋼段階で添加することが必要である。



## 【0046】

したがって、製鋼段階では0.003%以上、好ましくは、 $\alpha/\gamma$ 変態が生じる0.02%以上添加することが望ましい。0.1%より多く添加しても、上述の結晶組織、析出物等への影響はほぼ飽和し、脱炭に必要な時間が長くなるので、0.1%を上限とする。

## 【0047】

Sn、Sbは、鋼板表面に偏析して仕上げ焼鈍中のインヒビターの分解を抑制し、磁束密度の高い製品を安定して製造することに有効な元素である。0.03～0.15%添加することが望ましい。この下限値未満ではインヒビターの分解抑制効果が少なく、実質的な磁束密度向上効果が得られない。また、この上限値を超えると、鋼板中への窒化が難しくなり、二次再結晶が不安定になる場合が生じる。

## 【0048】

Crは、脱炭焼鈍の酸化層を改善しガラス被膜形成に有効な元素である。0.03～0.2%添加することが望ましい。その他、微量のB、Bi、Cu、Se、Pb、Ti、Mo等を鋼中に含有することは、本発明の主旨を損なうものではない。

## 【0049】

上記成分組成の溶鋼は、通常の工程により熱延板とされるか、もしくは、溶鋼を連続鑄造して薄帯とされる。上記熱延板または連続鑄造薄帯は、ただちに、もしくは、短時間焼鈍を経て冷間圧延される。

## 【0050】

上記焼鈍は750～1200℃の温度域で30秒～30分間行われ、この焼鈍は製品の磁気特性を高めるために有効である。望む製品の特性レベルとコストを勘案して採否を決めるとよい。

## 【0051】

冷間圧延は、基本的には特公昭40-15644号公報に開示されているように、最終冷延圧下率80%以上の冷間圧延とすればよい。

## 【0052】

冷間圧延後の材料は、鋼中に含まれる炭素を除去するために湿水素雰囲気中で、脱炭焼鈍される。

#### 【0053】

この脱炭焼鈍においては、Fe系の酸化物( $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ 、 $\text{FeO}$ 等の低級酸化物)を形成させない低い酸化度で焼鈍を行うことが、表面の鏡面化を達成する上で必須の要件である。

#### 【0054】

例えば、通常、脱炭焼鈍が行われる $800^\circ\text{C} \sim 850^\circ\text{C}$ の温度域においては、雰囲気ガスの酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ )を0.15以下に調整することにより、Fe系酸化物の生成を抑制することができる。但し、あまりに酸化度を下げると、脱炭速度が遅くなってしまう。この両者を勘案すると、この温度域において雰囲気ガスの酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ )は、0.01~0.15の範囲が好ましい。

#### 【0055】

この脱炭焼鈍板に、(Al、Si)Nを主インヒビターとして用いる製造法(例えば、特公昭62-45285号公報、参照)においては、窒化処理を施す。この窒化処理の方法は特に限定されるものではなく、アンモニア等の窒化能のある雰囲気ガス中で行う方法等がある。量的には、0.005%以上、望ましくは、N/酸可溶性Alの比率が2/3以上となる窒化すればよい。

#### 【0056】

これらの脱炭焼鈍板を、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布し、乾燥後コイル状に巻き取る際に、塗布乾燥後の持ち込み水分を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍雰囲気が水素を含有する場合は、酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ )を0.0001以上0.2以下の雰囲気ガスを吹き込み、仕上げ焼鈍雰囲気が水素を含有しない不活性ガスの場合は、露点を $0^\circ\text{C}$ 以下の不活性ガスを吹き込むことが本発明のポイントである。

#### 【0057】

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤の塗布乾燥後の持ち込み水分を制御するためには、アルミナのBET値、粒径等と共に、水スラリーにする際の水温、攪拌時間等を管理すればよい。

## 【 0 0 5 8 】

焼鈍分離剤として、特願 2 0 0 1 - 2 2 0 2 2 8 号で出願済みの技術であるが、B E T 比表面積を制御したアルミナとマグネシアを一定比率範囲で混合した粉体を用いることは、表面の鏡面化を促進するうえで有効な方法である。

## 【 0 0 5 9 】

また、鋼板との密着性不足が懸念されたり、あるいは、スラリー状態での沈降に問題が生じるようであれば、必要に応じて、増粘剤などを添加してもよい。また、鋼中の硫黄成分の純化を促進させる目的で酸化カルシウム等を加えることも本技術の効果を損ねるものではない。

## 【 0 0 6 0 】

仕上げ焼鈍で酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) ; 0. 0 0 0 1 以上 0. 2 以下の雰囲気ガスあるいは露点 ;  $0^\circ\text{C}$  以下の不活性ガスを吹き込む温度域は、表面酸化層の酸化、還元が実質的に起こる  $600^\circ\text{C}$  を下限とし、また、二次再結晶がほぼ完了する  $1100^\circ\text{C}$  を上限とする。少なくとも、この範囲内で雰囲気ガス制御を行えばよい。ここで、不活性ガスとは、鋼板との反応性に乏しいガスを意味するものであり、具体的には、窒素及び Ar 等の希ガス（周期律表の 0 族のガス）を意味するものである。

## 【 0 0 6 1 】

この積層した脱炭焼鈍板を仕上げ焼鈍して、二次再結晶と窒化物の純化を行う。二次再結晶を特開平 2 - 2 5 8 9 2 9 号公報に開示されるように、一定の温度で保持する、または、加熱速度を制御する等の手段により、二次再結晶を所定の温度域で行わせることは、製品の磁束密度 (B 8) を高めるうえで有効である。

## 【 0 0 6 2 】

二次再結晶完了後、窒化物等の純化と表面酸化膜の還元を行うために、1 0 0 % 水素で  $1100^\circ\text{C}$  以上の温度で焼鈍する。この場合、雰囲気ガスの露点は低い方が好ましい。

## 【 0 0 6 3 】

仕上げ焼鈍後、表面に張力コーティング処理を行い、必要に応じてレーザー照射等の磁区細分化処理を施す。

【0064】

## 【実施例】

## (実施例1)

質量%で、Si : 3.3%、Mn : 0.1%、C : 0.06%、S : 0.007%、酸可溶性Al : 0.03%、N : 0.008%、Sn : 0.05%、残部実質的にFe及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、熱間圧延して板厚2.3mmとした。この珪素鋼熱延板を1120℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.22mmに冷延した。

【0065】

この冷延板を酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) ; 0.1に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度40℃/秒で830℃の温度まで昇温し、2分間焼鈍し脱炭焼鈍を施した。次いで、アンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を0.025%に増加して、インヒビターの強化を行った。

【0066】

これらの鋼板にアルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布し、乾燥した。塗布乾燥後の持ち込み水分量は0.3%であった。

【0067】

仕上げ焼鈍は以下(1)～(5)の各条件の窒素-水素混合ガス中で、1200℃まで昇温し、水素ガスに切り替えて20時間焼鈍を行った。

(1) 酸化度0.061の雰囲気ガス(室温-1200℃)、

(2) 酸化度0.000014の雰囲気ガス(室温-600℃)-酸化度0.061の雰囲気ガス(600℃-1200℃)、

(3) 酸化度0.000014の雰囲気ガス(室温-600℃)-酸化度0.061の雰囲気ガス(600℃-1100℃)-酸化度0.000014の雰囲気ガス(1100℃-1200℃)、

(4) 酸化度0.061の雰囲気ガス(室温-600℃)-酸化度0.000014の雰囲気ガス(600-1200℃)、

(5) 酸化度0.000014の雰囲気ガス(室温-1200℃)。

【0068】

これらの試料を張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表 1 に示す。

【0069】

【表 1】

表 1

仕上げ焼鈍条件	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
(1)	1.946	0.66	本発明例
(2)	1.940	0.67	本発明例
(3)	1.953	0.64	本発明例
(4)	1.827	—	比較例
(5)	1.788	—	比較例

【0070】

(実施例 2)

実施例 1 と同じ脱炭板試料に、BET 比表面積が  $23.1 \text{ m}^2/\text{g}$  のアルミナと BET 比表面積が  $2.4 \text{ m}^2/\text{g}$  のマグネシアを 8 : 2 の比率で配合し、水スラリーとした焼鈍分離剤を塗布した。水スラリーの作製条件（水温、攪拌時間等）により、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を変えた。

【0071】

これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は酸化度 0.00011 の窒素-水素混合ガス中で  $10^\circ\text{C}/\text{hr}$  の加熱速度で  $1200^\circ\text{C}$  まで加熱し、酸化度 0.000011 の水素ガスに切り替え 20 時間焼鈍した。

【0072】

これらの試料を張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表 2 に示す。

【0073】

【表 2】

表 2

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量 (%)	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
0.6	1.953	0.64	本発明例
1.2	1.949	0.65	本発明例
1.9	1.873	0.93	比較例

【0074】

(実施例 3)

実施例 2 において、塗布乾燥後の焼鈍分離剤中の水分量を 0.6% とした試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は、酸化度 0.00011 の窒素-水素混合ガス中で 10℃/hr の加熱速度で 1000℃ まで加熱し、同一の雰囲気ガス中で 5℃/hr の加熱速度で 1200℃ まで昇温し、酸化度 0.000011 の水素ガスに切り替え 20 時間焼鈍した。

【0075】

この試料を張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表 3 に示す。

【0076】

【表 3】

表 3

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量 (%)	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
0.6	1.962	0.61	本発明例

【0077】

(実施例 4)

質量%で、Si: 3.3%、Mn: 0.1%、C: 0.06%、S: 0.007%、酸可溶性 Al: 0.03%、N: 0.008%、残部実質的に Fe 及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブ、及び、この成分に Sn: 0.05%、及び

、0.08%添加した珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、熱間圧延して板厚2.3mmとした。この珪素鋼熱延板を1120℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.22mmに冷延した。

【0078】

この冷延板を、酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) ; 0.1に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度40℃/秒で830℃の温度まで昇温し、2分間焼鈍し脱炭焼鈍を施した。次いで、アンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を0.026~0.029%に増加して、インヒビターの強化を行った。

【0079】

これらの鋼板にアルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布し乾燥した。塗布乾燥後の持ち込み水分量は0.3%であった。仕上げ焼鈍は酸化度0.061の窒素-水素混合ガス中で、1200℃まで昇温し、水素ガスに切り替えて20時間焼鈍を行った。

【0080】

これらの試料を張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表4に示す。

【0081】

【表4】

表4

鋼成分Sn(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0	1.939	0.68	本発明例
0.05	1.946	0.66	本発明例
0.08	1.943	0.66	本発明例

【0082】

(実施例5)

質量%で、Si : 3.1%、C : 0.07%、酸可溶性Al : 0.028%、N : 0.007%、Mn : 0.08%、S : 0.025%、Cu : 0.1%、Sn : 0.12%、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを

1 3 5 0℃に加熱し、板厚 2. 3 mmに熱延した。

【0 0 8 3】

この熱延板を、1. 5 mmに冷間圧延し、更に、1 1 2 0℃で2分間焼鈍を施した後、0. 2 2 mmに冷間圧延した。この冷延板を酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0. 1に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度 1 0 0℃/秒で 8 3 0℃の温度まで昇温し、2分間焼鈍し脱炭焼鈍した。

【0 0 8 4】

この脱炭板試料に、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布し乾燥した。水スラリーの作製条件（水温、攪拌時間等）により、塗布乾燥後の持ち込み水分量を変えた。これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は酸化度 0. 0 0 0 1 1 の窒素-水素混合ガス中で 1 0℃/h r の加熱速度で 1 2 0 0℃まで加熱し、酸化度 0. 0 0 0 0 1 1 の水素ガスに切り替え 2 0 時間焼鈍した。

【0 0 8 5】

これらの試料を張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表 5 に示す。

【0 0 8 6】

【表 5】

表 5

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量 (%)	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
0. 2	1. 956	0. 66	本発明例
0. 8	1. 952	0. 67	本発明例
1. 6	1. 834	0. 96	比較例

【0 0 8 7】

(実施例 6)

実施例 5 と同じ脱炭板試料に、B E T 比表面積が  $23. 1 \text{ m}^2/\text{g}$  のアルミナと B E T 比表面積が  $2. 4 \text{ m}^2/\text{g}$  のマグネシアを 8 : 2 の比率で配合し、水スラリーとした焼鈍分離剤を塗布した。水スラリーの作製条件（水温、攪拌時間等



）により、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤の塗布乾燥後の持ち込み水分量を変えた。これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は酸化度 0.00011 の窒素－水素混合ガス中で 10℃/hr の加熱速度で 1200℃ まで加熱し、酸化度 0.000011 の水素ガスに切り替え 20 時間焼鈍した。

【0088】

これらの試料を張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表 6 に示す。

【0089】

【表 6】

表 6

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量 (%)	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
0.6	1.958	0.64	本発明例
1.2	1.953	0.65	本発明例
1.9	1.773	—	比較例

【0090】

(実施例 7)

質量%で、Si : 3.3%、Mn : 0.1%、C : 0.06%、S : 0.007%、酸可溶性 Al : 0.03%、N : 0.008%、Sn : 0.05%、残部実質的に Fe 及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを 1150℃ で加熱した後、熱間圧延して板厚 2.3 mm とした。この珪素鋼熱延板を 1120℃ で 2 分間焼鈍した後、最終板厚 0.22 mm に冷延した。

【0091】

この冷延板を酸化度 ( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) ; 0.1 に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度 40℃/秒で 830℃ の温度まで昇温し、2 分間焼鈍し脱炭焼鈍を施した。次いで、アンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を 0.025% に増加して、インヒビターの強化を行った。

これらの鋼板にアルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した。塗布乾燥後の持ち込み水分量は 0.3% であった。

## 【0092】

仕上げ焼鈍は以下の各条件の窒素ガス中で、1200℃まで昇温し、水素ガスに切り替えて20時間焼鈍を行った。

(1) 露点-50℃の窒素雰囲気ガス(室温-1200℃)、

(2) 露点10℃の窒素雰囲気ガス(室温-600℃)、露点-50℃の窒素雰囲気ガス(600℃-1200℃)、

(3) 露点-50℃の窒素雰囲気ガス(室温-600℃)、露点10℃の窒素雰囲気ガス(600℃-1100℃)、露点-50℃の窒素雰囲気ガス(1100℃-1200℃)、

(4) 露点10℃の窒素雰囲気ガス(室温-1200℃)。

## 【0093】

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表7に示す。

## 【0094】

【表7】

表7

仕上げ焼鈍条件	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
(1)	1.952	0.65	本発明例
(2)	1.944	0.67	本発明例
(3)	1.813	0.94	比較例
(4)	1.733	-	比較例

## 【0095】

## (実施例8)

実施例7と同じ脱炭板試料にBET比表面積が $23.1\text{ m}^2/\text{g}$ のアルミナとBET比表面積が $2.4\text{ m}^2/\text{g}$ のマグネシアを8:2の比率で配合し、水スラリーとした焼鈍分離剤を塗布した。水スラリーの作製条件(水温、攪拌時間等)によりアルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥し、塗布乾燥後の持ち込み水分量を変えた。

## 【0096】

これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は露点 $-50^{\circ}\text{C}$ の窒素ガス中で $10^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ の加熱速度で $1200^{\circ}\text{C}$ まで加熱し、露点 $-60^{\circ}\text{C}$ （酸化度 $0.000011$ ）の水素ガスに切り替え $20$ 時間焼鈍した。

## 【0097】

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表8に示す。

## 【0098】

【表8】

表8

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.6,	1.957	0.62	本発明例
1.2	1.951	0.65	本発明例
1.9	1.823	0.96	比較例

## 【0099】

## (実施例9)

実施例8において、塗布乾燥後の焼鈍分離剤中の水分量を $0.6\%$ とした試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は露点 $-50^{\circ}\text{C}$ の窒素 $50\%$ —アルゴン $50\%$ の混合ガス中で $10^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ の加熱速度で $1000^{\circ}\text{C}$ まで加熱し同一の雰囲気ガス中で $5^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ の加熱速度で $1200^{\circ}\text{C}$ まで昇温し、酸化度 $0.000011$ の水素ガスに切り替え $20$ 時間焼鈍した。

## 【0100】

この試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表9に示す。

## 【0101】

【表 9】

表 9

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.6	1.955	0.64	本発明例

## 【0102】

## (実施例10)

質量%で、Si : 3.3%、Mn : 0.1%、C : 0.06%、S : 0.007%、酸可溶性Al : 0.03%、N : 0.008%、残部実質的にFe及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブ及び、この成分にSn : 0.05%、及び0.08%添加した珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、熱間圧延して板厚2.3mmとした。この珪素鋼熱延板を1120℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.22mmに冷延した。

## 【0103】

この冷延板を酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0.1に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度40℃/秒で830℃の温度まで昇温し、2分間焼鈍し脱炭焼鈍を施した。次いでアンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を0.026~0.029%に増加して、インヒビターの強化を行った。

## 【0104】

これらの鋼板にアルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した。塗布乾燥後の持ち込み水分量は0.3%であった。仕上げ焼鈍は露点-50℃の窒素ガス中で、1200℃まで昇温し、水素ガスに切り替えて20時間焼鈍を行った。

## 【0105】

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表10に示す。

## 【0106】

【表 1 0】

表 1 0

鋼成分Sn (%)	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
0%	1.942	0.68	本発明例
0.05	1.951	0.65	本発明例
0.08	1.945	0.66	本発明例

## 【0107】

## (実施例 11)

質量%で、Si : 3.1%、C : 0.07%、酸可溶性Al : 0.028%、N : 0.007%、Mn : 0.08%、S : 0.025%、Cu : 0.1%、Sn : 0.12%、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1350℃に加熱し、板厚2.3mmに熱延した。

## 【0108】

この熱延板を、1.5mmに冷間圧延し、更に1120℃で2分間焼鈍を施した後0.22mmに冷間圧延した。この冷延板を酸化度( $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ ) : 0.1に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度100℃/秒で830℃の温度まで昇温し、2分間焼鈍し脱炭焼鈍を施した。

## 【0109】

この脱炭板試料にアルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した。水スラリーの作製条件(水温、攪拌時間等)により塗布乾燥後の持ち込み水分量を変えた。これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は露点-50℃の窒素ガス中で10℃/hrの加熱速度で1200℃まで加熱し、酸化度0.000011の水素ガスに切り替え20時間焼鈍した。

## 【0110】

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表11に示す。

## 【0111】

【表 1 1】

表 1 1

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量 (%)	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
0.2	1.962	0.65	本発明例
0.8	1.955	0.67	本発明例
1.6	1.792	—	比較例

## 【0 1 1 2】

## (実施例 1 2)

実施例 1 1 と同じ脱炭板試料に B E T 比表面積が  $23.1 \text{ m}^2/\text{g}$  のアルミナと B E T 比表面積が  $2.4 \text{ m}^2/\text{g}$  のマグネシアを 8 : 2 の比率で配合し、水スラリーとした焼鈍分離剤を塗布した。水スラリーの作製条件（水温、攪拌時間等）によりアルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥し、塗布乾燥後の持ち込み水分量を変えた。

## 【0 1 1 3】

これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は露点  $-50^\circ\text{C}$  の窒素ガス中で  $10^\circ\text{C}/\text{hr}$  の加熱速度で  $1200^\circ\text{C}$  まで加熱し、露点  $-60^\circ\text{C}$ （酸化度 0.000011）の水素ガスに切り替え 20 時間焼鈍した。

## 【0 1 1 4】

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表 1 2 に示す。

## 【0 1 1 5】

【表 1 2】

表 1 2

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量 (%)	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
0.6	1.960	0.63	本発明例
1.2	1.952	0.65	本発明例
1.9	1.731	—	比較例

【0116】

## 【発明の効果】

本発明により、二次再結晶の安定化と表面の鏡面化が安定的に達成させることができる。製品の表面を効果的に仕上げることにより、従来製品よりも低い鉄損の方向性電磁鋼板を製造することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量と製品の磁束密度（B 8）の関係を示す図である。

## 【図2】

仕上げ焼鈍における酸化度（ $\text{PH}_2\text{O} / \text{PH}_2$ ）と製品の磁束密度（B 8）の関係を示す図である。

## 【図3】

水素を含まない仕上げ焼鈍の雰囲気ガスの露点を変更した実験における持ち込み水分量と製品の磁束密度（B 8）の関係を示す図である。

## 【図4】

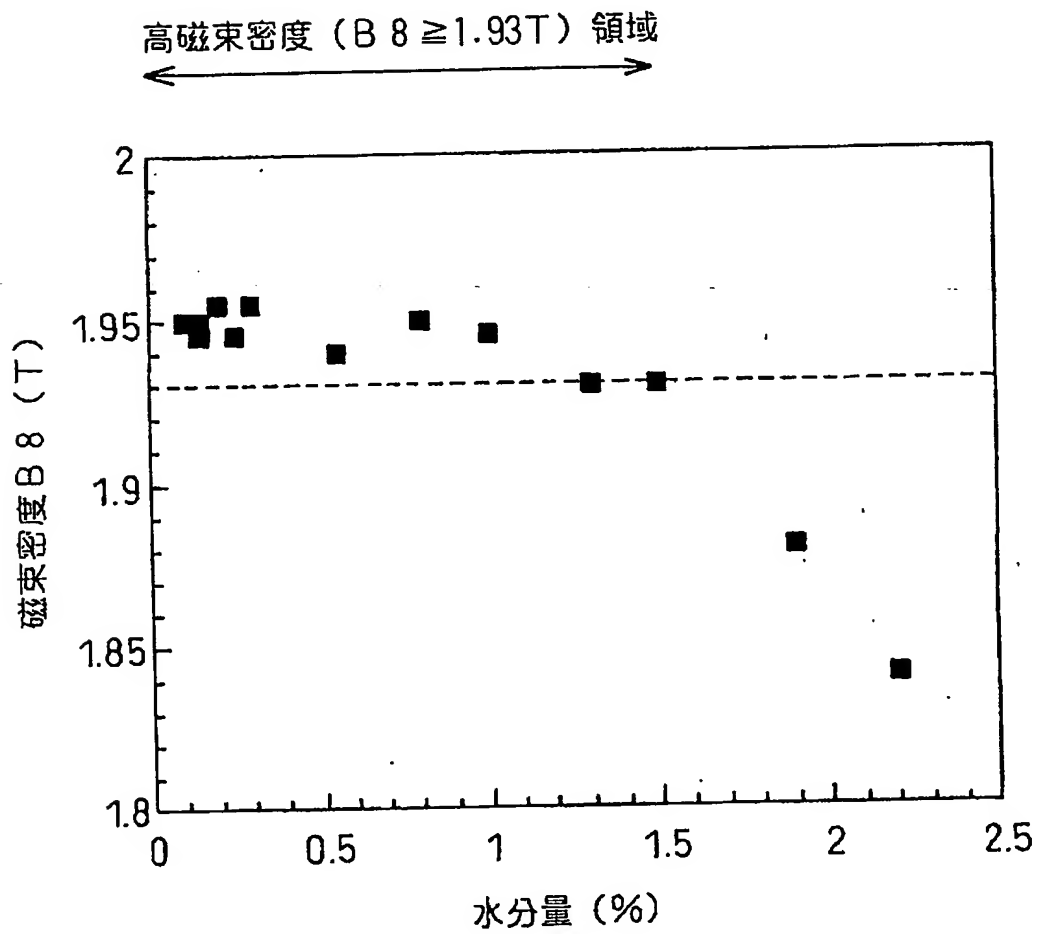
仕上げ焼鈍雰囲気中に水素を含まない場合、その露点と製品の磁束密度（B 8）の関係を示す図である。

【書類名】

図面

【図1】

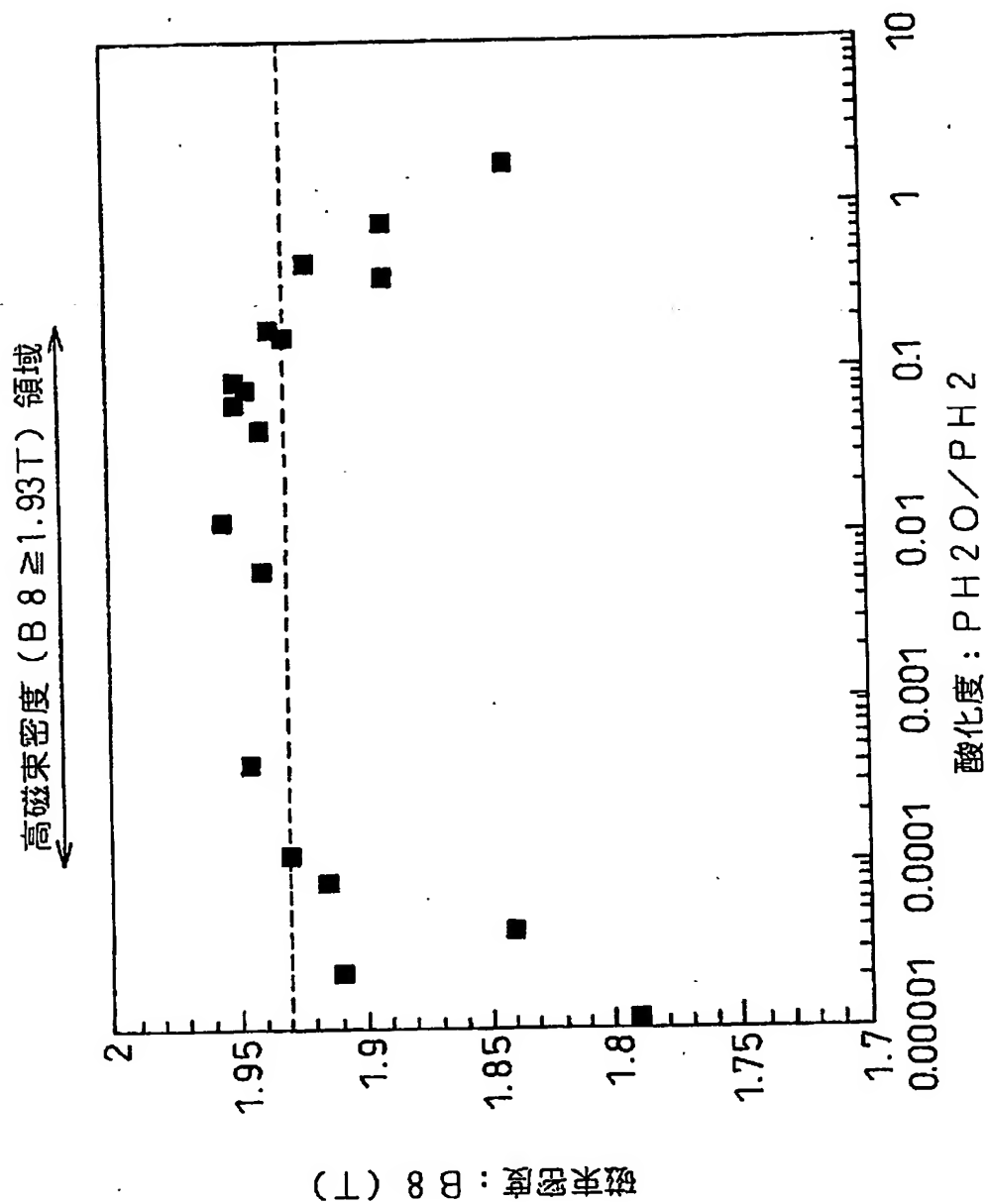
図1





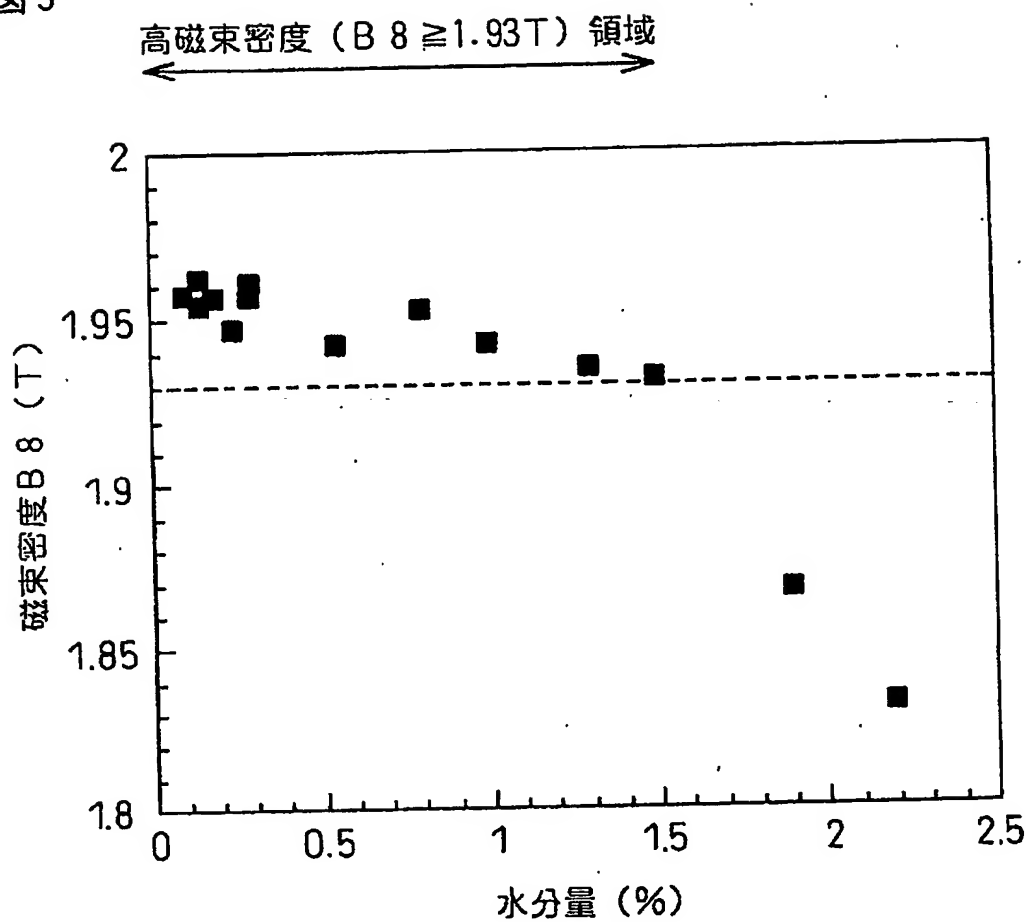
【図 2】

図 2



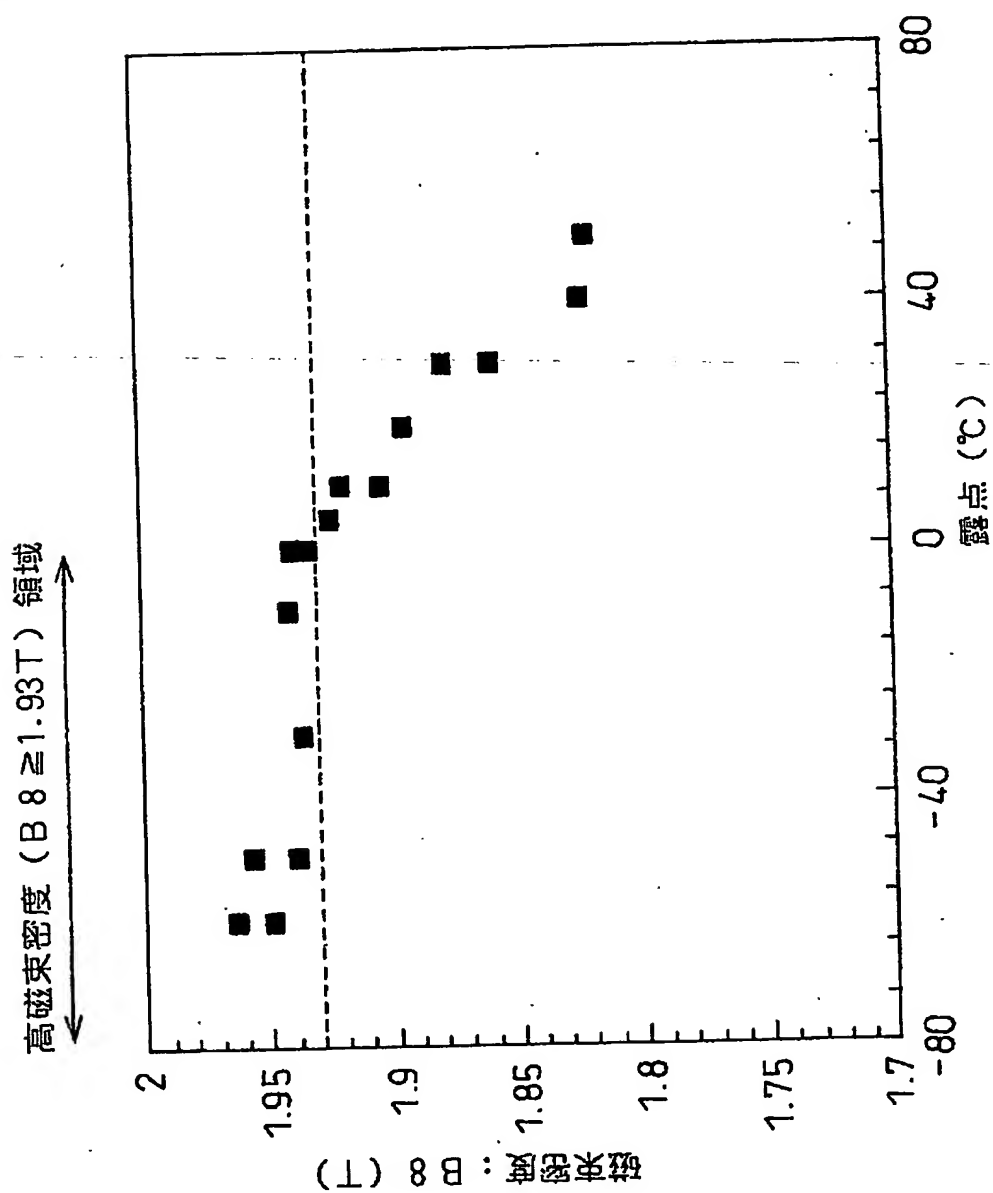
【図3】

図3



【図 4】

図 4



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布する鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、界面でのインヒビター反応に起因する二次再結晶のバラツキ（不安定化）を無くし、磁気特性の安定した製品を製造する。

【解決手段】 焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布する鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤の塗布乾燥後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍の雰囲気ガスの水蒸気分圧を制御する。

【選択図】 図1

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 2 7 5 7 7 7
受付番号	5 0 2 0 1 4 1 5 5 4 5
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 4 年 9 月 2 6 日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

## 【特許出願人】

## 【識別番号】

000006655

## 【住所又は居所】

東京都千代田区大手町 2 丁目 6 番 3 号

## 【氏名又は名称】

新日本製鐵株式会社

## 【代理人】

申請人

## 【識別番号】

100077517

## 【住所又は居所】

東京都港区虎ノ門三丁目 5 番 1 号 虎ノ門 3 7 森  
ビル 青和特許法律事務所

## 【氏名又は名称】

石田 敬

## 【選任した代理人】

## 【識別番号】

100092624

## 【住所又は居所】

東京都港区虎ノ門三丁目 5 番 1 号 虎ノ門 3 7 森  
ビル 青和特許法律事務所

## 【氏名又は名称】

鶴田 準一

## 【選任した代理人】

## 【識別番号】

100113918

## 【住所又は居所】

東京都港区虎ノ門三丁目 5 番 1 号 虎ノ門 3 7 森  
ビル 青和特許法律事務所

## 【氏名又は名称】

亀松 宏

## 【選任した代理人】

## 【識別番号】

100082898

## 【住所又は居所】

東京都港区虎ノ門三丁目 5 番 1 号 虎ノ門 3 7 森  
ビル 青和特許法律事務所

## 【氏名又は名称】

西山 雅也

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000006655]

1. 変更年月日

1990年 8月10日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

氏 名

新日本製鐵株式会社